

(19) 世界知的所有権機関  
国際事務局



(43) 国際公開日  
2002 年 2 月 7 日 (07.02.2002)

PCT

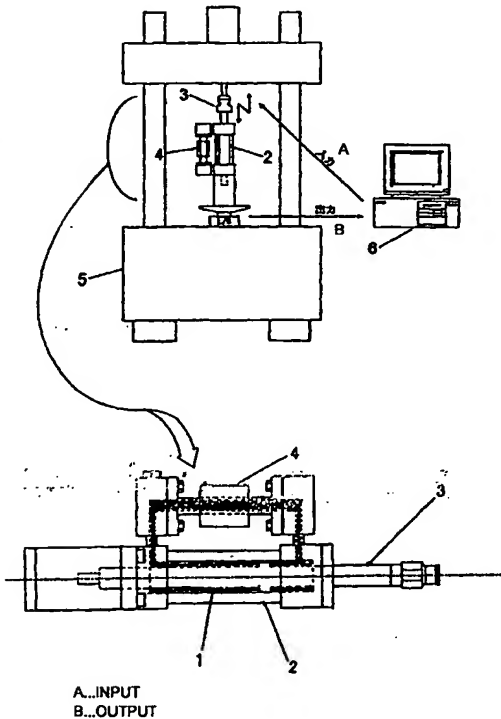
(10) 国際公開番号  
WO 02/10281 A1

- (51) 国際特許分類<sup>7</sup>: C08L 71/02, H01F 1/28  
(21) 国際出願番号: PCT/JP01/06574  
(22) 国際出願日: 2001 年 7 月 31 日 (31.07.2001)  
(25) 国際出願の言語: 日本語  
(26) 国際公開の言語: 日本語  
(30) 優先権データ: 特願2000-231263 2000 年 7 月 31 日 (31.07.2000) JP  
(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): バンドー化学株式会社 (BANDO CHEMICAL INDUSTRIES LTD) [JP/JP]; 〒651-0086 兵庫県神戸市中央区磯上通  
(72) 発明者; および  
(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 畑 克彦 (HATA, Katsuhiko) [JP/JP]. 気賀 望 (KIGA, Nozomi) [JP/JP]; 〒652-0883 兵庫県神戸市兵庫区明和通3丁目2-15 バンドー化学株式会社内 Hyogo (JP). 宮永清一 (MIYANAGA, Seiichi) [JP/JP]; 〒640-8580 和歌山県和歌山市湊1334番地 花王株式会社 研究所内 Wakayama (JP).  
(74) 代理人: 安富康男, 外 (YASUTOMI, Yasuo et al.); 〒532-0011 大阪府大阪市淀川区西中島5丁目4番20号 中央ビル Osaka (JP).

[続葉有]

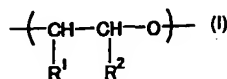
(54) Title: STABLY DISPERSED MAGNETIC VISCOUS FLUID

(54) 発明の名称: 分散安定化磁気粘性流体



(57) Abstract: The invention aims at providing a stably dispersed magnetic viscous fluid, in which magnetic particles having a high specific gravity can be kept in a uniformly dispersed state over an extremely long period without aggregation, sedimentation or caking and which can permanently retains excellent dispersion stability and recovery properties of magnetic viscous characteristics. This magnetic viscous fluid comprises magnetic particles, a dispersion medium, and a dispersing agent consisting of a polyether comprising repeating units represented by the general formula (1): (1) wherein R<sup>1</sup> is hydrogen or C<sub>1-22</sub> hydrocarbyl; R<sup>2</sup> is hydrogen, optionally substituted C<sub>1-22</sub> hydrocarbyl, or (AO)<sub>m</sub>-R<sup>3</sup> (wherein R<sup>3</sup> is optionally substituted C<sub>1-22</sub> hydrocarbyl; A is C<sub>1-3</sub> alkylene; and m is an integer of 1 to 50, mA's being the same or different from each other.

A...INPUT  
B...OUTPUT



[続葉有]



(81) 指定国(国内): DE, JP, US.

— 補正書・説明書

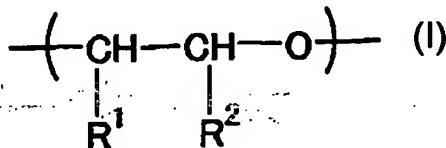
添付公開書類:  
— 国際調査報告書

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(57) 要約:

本発明の目的は、高比重である磁性粒子を極めて長期間にわたって凝集又は沈降・固結させることなく均一に分散せしめ、優れた分散安定性及び磁気粘性特性回復性を恒久的に維持することができる分散安定化磁気粘性流体を提供することである。

本発明は、磁性粒子、分散媒、及び、分散剤を含有する分散安定化磁気粘性流体であって、前記分散剤は、下記一般式(1)で表される重合単位を有するポリエーテルである分散安定化磁気粘性流体である。



式中、 $\text{R}^1$  は水素原子又は炭素数1～22の炭化水素基を表し、 $\text{R}^2$  は水素原子、置換基を有していてもよい炭素数1～22の炭化水素基、又は、 $-(\text{AO})_m - \text{R}^3$  ( $\text{R}^3$  は置換基を有していてもよい炭素数1～22の炭化水素基を表し、 $\text{A}$ は炭素数1～3のアルキレン基を表し、 $m$ は1～50の整数を表し、 $m$ 個の $\text{A}$ は同一であっても異なってもよい)を表す。

## 明細書

## 分散安定化磁気粘性流体

## 技術分野

- 5 本発明は、優れた分散安定性及び磁気粘性特性回復性を有し、これらの性能が長時間持続する分散安定化磁気粘性流体に関する。

## 背景技術

- 磁気粘性流体、磁性流体、又は、磁気レオロジー材料と呼ばれる、磁場に感応  
10 してその流体特性が変化する液状組成物は公知である。例えば、A I E E T r  
a n s a c t i o n s の「磁気流体の特性（1955年2月発行）」に記載され  
た J . D . クーリッジ J r . & R . W . ハルバーク著の論文第 55-170（  
p . 149-152）に既に磁界に感応する磁性体含有液状組成物の記述が見ら  
れ、米国特許第 2,661,596 号では分散剤としてオレイン酸鉄等を含有す  
15 る磁気粘性流体が開示され、その他、米国特許第 3,006,656 号、同第 4,  
604,229 号や、特開昭 51-13995 号公報、特開昭 51-44579  
号公報等にもその技術が開示されている。これらはいずれも、含有される磁性粒  
子（平均粒径：数 nm ～ 十数  $\mu$  m）が外部から印加された磁場で配向して鎖状の  
クラスターを形成することにより、増粘又はゲル化し、著しくその流動特性や降  
20 伏応力が変化するものである。

これら磁気粘性流体又は磁性流体の産業上の利用分野としては、軸受け、シー  
ル材、センタリング装置、スピーカー、クラッチ、ブレーキ、ダンパー、緩衝器、  
エンジンマウント、昇降機能用部材や、建造物用制震装置等が提案されてきた。

- しかるに、これらのうち、クラッチ、ブレーキ、ダンパー、緩衝器、建造物用  
25 制震装置といった、比較的大きな流体特性、降伏応力の変化を必要とする用途で  
は、未だ実用化されるには至っていない。

磁気粘性流体が上記のような特性を発現するためには、磁性粒子が分散媒中に  
均一に分散していることが必要である。しかしながら、磁性粒子の真密度は分散  
媒のそれに比較して非常に大きいので、磁気粘性流体に優れた分散安定性を付与

することは困難であった。一般に、磁気粘性流体の分散安定性を向上させるためには、分散媒の粘度を上げることが有効であるが、分散媒の粘度を過度に上げることは磁気粘性流体自体の粘度をも上げることにつながり、得られる磁気粘性流体の取り扱いが困難になるという問題点があった。

5

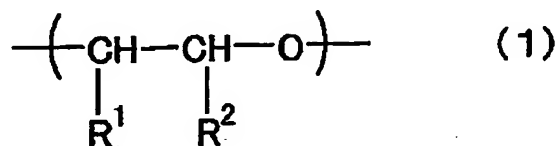
#### 発明の要約

本発明は、上記現状に鑑み、高比重である磁性粒子を極めて長期間にわたって凝集又は沈降・固結させることなく均一に分散せしめ、優れた分散安定性及び磁気粘性特性回復性を恒久的に維持することができる分散安定化磁気粘性流体を提供することを目的とするものである。

10

本発明は、磁性粒子、分散媒、及び、分散剤を含有する分散安定化磁気粘性流体であって、上記分散剤は、下記一般式(1)で表される重合単位(以下、重合単位(1)ともいう)を有するポリエーテルである分散安定化磁気粘性流体である。

15



20 式中、 $\text{R}^1$  は水素原子又は炭素数1～22の炭化水素基を表し、 $\text{R}^2$  は水素原子、置換基を有していてもよい炭素数1～22の炭化水素基、又は、 $-(\text{AO})_m-\text{R}^3$  ( $\text{R}^3$  は置換基を有していてもよい炭素数1～22の炭化水素基を表し、 $\text{A}$  は炭素数1～3のアルキレン基を表し、 $m$  は1～50の整数を表し、 $m$ 個の $\text{A}$ は同一であっても異なってもよい)を表す。本発明で用いられる分散媒として  
25 は、炭化水素系油が好ましい。

#### 図面の簡単な説明

図1は、実施例で用いた磁気粘性特性測定装置の模式図である。

図2は、磁気粘性特性の測定例を示す図である。

図中、1は、磁気粘性流体を表し、2は、シリンダーを表し、3は、ピストンを表し、4は、電磁石を表し、5は、油圧サーボ試験機を表し、6は、制御・計測用パソコンを表し、7は、振幅－荷重ループを表し、8は、磁場0時の振幅－荷重ループを表し、9は、磁場900ガウス時の振幅－荷重ループを表す。

5

#### 発明の詳細な開示

以下に本発明を詳述する。

本発明の分散安定化磁気粘性流体は、磁性粒子、分散媒、及び、分散剤を含有するものである。

- 10 上記磁性粒子としては磁性を有するものであれば特に限定されず、例えば、鉄、窒化鉄、炭化鉄、カルボニル鉄、二酸化クロム、低炭素鋼、ニッケル、コバルト；アルミニウム含有鉄合金、ケイ素含有鉄合金、コバルト含有鉄合金、ニッケル含有鉄合金、バナジウム含有鉄合金、モリブデン含有鉄合金、クロム含有鉄合金、タングステン含有鉄合金、マンガン含有鉄合金、銅含有鉄合金等の鉄合金等から
- 15 なる粒子を挙げることができる。なかでも、わずかな磁場でも大きな応力を発現する点から、カルボニル鉄が好ましい。

これらの磁性粒子は、単独で用いられてもよく、2種以上が併用されてもよい。

- 上記磁性粒子の粒径は、0.01～100 $\mu\text{m}$ であるのが好ましい。粒径が0.01 $\mu\text{m}$ 未満であると粘度が小さいために磁場印加時に粘度を大幅に上昇すること
- 20 とはできず、100 $\mu\text{m}$ を超えると分散媒中で磁性粒子が沈降しやすくなるので、分散安定性に劣ることがある。より好ましくは0.5～20 $\mu\text{m}$ である。

本発明に用いる磁性粒子は、その磁性特性及び分散安定性を著しく阻害されない限りにおいて、シランカップリング剤や絶縁材等でその表面をコーティングして用いてもよい。

- 25 上記分散媒としては特に限定されないが、長期安定性の観点より低蒸気圧油が好ましく、例えば、ホワイトオイル（流動パラフィン）、鉱油、スピンドル油、高級アルキルベンゼン、高級アルキルナフタレン、ポリブテン、ポリ $\alpha$ -オレフィン油等の炭化水素系油；アルキルジフェニルエーテル、ジアルキルテトラフェニルエーテル、アルキルトリフェニルエーテル等のフェニルエーテル類；ジオク

チルフタレート、ジオクチルアゼレート、ジオクチルアジペート、ジオクチルセバケート、ジブチルフタレート、ジヘキシルマレエート等のジカルボン酸ジエステル；トリメチロールプロパントリー $n$ -ヘブチルエステル、ペンタエリスリトールテトラ $n$ -ヘキシルエステル、ペンタエリスリトールテトラ $2$ -エチル  
 5 ヘキシルエステル等のポリオールとカルボン酸とのポリオールポリエステル；リン酸トリブチルエステル、リン酸トリ $2$ -エチルヘキシルエステル、リン酸トリクレジルエステル、リン酸トリキシリルエステル、リン酸トリアリールエステル等のリン酸トリエステル；ジメチルシリコンオイル、メチルヒドロジェンポリシロキサン、メチルフェニルシリコンオイル、 $\alpha$ -メチルスチレン変性シリ  
 10 コーンオイル、アルキル変性シリコンオイル、アルコール変性シリコンオイル、アミノ変性シリコンオイル、ポリエーテル変性シリコンオイル、塩素化シリコンオイル、フッ素化シリコンオイル等のシリコンオイル等を挙げることができる。なかでも、炭化水素系油が好適に用いられる。

これらの分散媒は、単独で用いられてもよく、2種以上が併用されてもよい。  
 15 本発明で用いる分散剤は、上記重合単位(1)を有するポリエーテルである。  
 上記一般式(1)中、 $R^1$ は水素原子又は炭素数1~22の炭化水素基を表すが、上記炭素数1~22の炭化水素基の好適例としては、例えば、炭素数1~18のアルキル基、炭素数6~14のアリール基、炭素数7~22のアリールアル  
 20 キル基又はアルキルアリール基等を挙げることができる。より好ましくは、メチル基、エチル基、 $n$ -ブチル基、オクチル基、ドデシル基等を挙げることができる。

上記一般式(1)中、 $R^2$ は水素原子、置換基を有していてもよい炭素数1~22の炭化水素基、又は、 $-(A-O)_m-R^3$ を表す。

上記炭素数1~22の炭化水素基の好適例としては、例えば、炭素数1~18  
 25 のアルキル基、炭素数6~14のアリール基、炭素数7~22のアリールアルキル基又はアルキルアリール基等を挙げることができる。より好ましくは、メチル基、エチル基、 $n$ -ブチル基、オクチル基、デシル基、セチル基等を挙げることができる。上記炭素数1~22の炭化水素基は置換基を有していてもよいが、上記置換基としては、例えば、塩素、臭素等のハロゲン原子；ヒドロキシル基、ア

ミノ基、ジメチルアミノ基、ジエチルアミノ基、炭素数1～18のアミド基、炭素数1～18のアシル基、メチルエステル基、エチルエステル基、カルボキシル基等を挙げることができる。

上記－(AO) $m$ － $R^3$ において、 $R^3$ は置換基を有していてもよい炭素数1～22の炭化水素基を表し、Aは炭素数1～3のアルキレン基を表し、 $m$ は1～50の整数を表し、 $m$ 個のAは同一であっても異なってもよい。

上記 $R^3$ の好適例としては、例えば、メチル基、エチル基、 $i$ －プロピル基、 $n$ －ブチル基、 $t$ －ブチル基、ヘキシル基、オクチル基、2－エチルヘキシル基、デシル基、セチル基、ステアシル基等のアルキル基；フェニル基、ナフチル基等のアリール基；フェネチル基、ノニルフェニル基、ブチルフェニル基等のアリーラルキル基やアルキルアリール基等を挙げることができる。なかでも、エチル基、 $n$ －ブチル基、 $t$ －ブチル基、オクチル基、2－エチルヘキシル基、デシル基、セチル基、ステアシル基、フェニル基、フェネチル基等が好ましい。

上記 $R^3$ は置換基を有していてもよいが、上記置換基としては、上述のものと同様のものを挙げることができる。

上記Aとしては、例えば、メチレン基、エチレン基、プロピレン基等を挙げることができる。上記－(AO) $m$ － $R^3$ 中、 $m$ 個のAは同じであっても異なってもよい。

上記 $m$ は好ましくは1～20の整数を表し、より好ましくは1又は5～10の整数を表す。

上記Aと $m$ との組み合わせとしては、Aがメチレン基であり、 $m$ が1であるのが好ましい。

本発明で用いるポリエーテルにおいて、 $R^1$ 及び $R^2$ で表される基はそれぞれ複数の種類であってもよいが、その場合、ポリエーテル主鎖におけるそれらを有する重合単位の配列様式は、ブロック、交互、周期、統計（ランダムを含む）型のいずれであってもよい。

本発明で用いるポリエーテルは、上記重合単位(1)の単一重合体であってもよいが、他の重合単位とのコポリマーであってもよい。この場合、重合単位(1)と、他の重合単位（複数種であってもよい）との配列様式は、ブロック、交互、

周期、統計（ランダムを含む）、グラフト型のいずれであってもよい。

上記重合単位（１）を含む、交互、周期、統計（ランダムを含む）型コポリマーは、アニオン又はカチオン共重合によって得ることができる。好ましい他の重合単位としては、上記重合単位（１）以外の置換エポキシド由来の重合単位、オキセタン、（メタ）アクリル酸エステル類、スチレン、ブタジエン、イソプレン、  
5 ラクトン類、二酸化炭素、ラクタム類、及び、これらの誘導体由来する重合単位を挙げることができる。

本発明で用いるポリエーテルが、ブロック又はグラフト型コポリマーである場合、重合単位（１）を含まず他の重合単位のみからなる連鎖部分は、アニオン重合、カチオン重合、ラジカル重合、又は、縮合重合等、いかなる重合方法によっ  
10 て得られたものであってもよい。斯かる重合体連鎖の好ましい例としては、ポリ〔（メタ）アクリレート〕、ポリスチレン、ポリブタジエン、ポリイソプレン、非晶質ポリプロピレン、ポリアリルアミン、ポリエチレンイミン、エポキシ樹脂、及び、それらの誘導体を挙げることができる。

15 上記ポリエーテルがコポリマーである場合、コポリマー中における重合単位（１）のモル分率は、０．１以上１．０未満であるのが好ましく、より好ましくは０．３以上１．０未満であり、更に好ましくは０．５以上１．０未満である。

上記ポリエーテルの末端基としては特に限定されないが、合成法により末端基を制御できる場合は、例えば、水素、ハロゲン、ヒドロキシル基、炭素数１～２  
20 ２のアルキル基又はアルコキシル基、アミノ基、ジメチルアミノ基、ジエチルアミノ基、炭素数１～１８のアミド基、炭素数１～１８のアシル基、メチルエステル基、エチルエステル基、カルボキシル基等が好ましい。

上記ポリエーテルの分子量としては、１０００～２０００００００であるのが好ましく、より好ましくは１００００～１００００００００であり、更に好ま  
25 しくは３００００～５００００００００である。

本発明で用いられるポリエーテルは、例えば、WO 99/42513に記載されている製法によって得ることができる。これらの各種ポリエーテルは、単独で用いられてもよく、２種以上が併用されてもよい。

上記ポリエーテルの含有量は、上記分散媒１００重量部に対して、０．１～２



0重量部であるのが好ましい。0.1重量部未満であると、得られた磁気粘性流体に十分な分散安定性を付与できず、20重量部を超えると分散媒中に上記ポリエーテルが異物として存在し、磁気粘性流体の流動性を阻害する場合がある。

- 上記磁性粒子の配合量は、本発明の分散安定化磁気粘性流体全体に対して、1  
5 0～90重量%であるのが好ましい。10重量%未満であると得られる磁気粘性流体の磁場印加時の粘度上昇が小さく、90重量%を超えると、得られた磁気粘性流体の流動性が低下することがある。より好ましくは50～80重量%である。

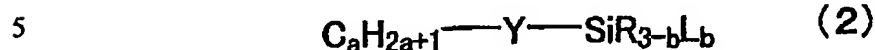
本発明の分散安定化磁気粘性流体は、上記ポリエーテルを分散剤として用い、磁性粒子が分散媒中に均一に分散されているものである。

- 10 本発明において、磁性粒子を分散媒中に分散させる方法としては、例えば、予め上記ポリエーテルを溶解させた分散媒中に磁性粒子を混入後、ホモジナイザー、ボールミル、サンドミル、三本ロール等の分散機で混合してもよいし、予め上記ポリエーテルで表面を被覆した磁性粒子を分散媒中に加え、ホモジナイザー、ボールミル、サンドミル、三本ロール等の分散機で混合してもよい。
- 15 上記ポリエーテルを分散媒に溶解させる方法としては特に限定されず、例えば、70℃に加熱した分散媒中に上記ポリエーテルを加え、1時間攪拌する方法等を挙げることができる。

本発明の分散安定化磁気粘性流体は、必要に応じて、更に、上記ポリエーテル以外の他の分散剤が添加されてもよい。

- 20 上記他の分散剤としては、例えば、パーフルオロエーテルカルボン酸塩、パーフルオロカルボン酸アミド、オレイン酸、ステアリン酸、パルミチン酸、ラウリン酸、リノール酸、リノレン酸、エルカ酸、ミリスチン酸等の脂肪酸；オレイン酸ナトリウム、オレイン酸カリウム、オレイン酸アンモニウム、ステアリン酸ナトリウム、パルミチン酸ナトリウム、ラウリン酸カリウム、エルカ酸ナトリウム、  
25 ミリスチン酸ナトリウム、ミリスチン酸カリウム、ベヘン酸ナトリウム等の脂肪酸塩；ポリオキシエチレンソルビタンエステル等のソルビタンエステル類；ジアルコキシスルホンこはく酸塩、ポリオキシエチレンアルキルアリアルエーテル、ポリオキシエチレンアルキルエステル、アルコール硫酸エステル、アルキルベンゼンスルホン酸、リン酸塩、ポリオキシエチレンアルキルアミン、グリセリンエス

テル、アミノアルコールエステル、シランカップリング剤、エチレンイミン、アミノシランカップリング剤等のアミノ基含有化合物；下記式（２）で表される化合物等を挙げることができる。



式中、Yは $(CH_2)_k$ 又は $C_6H_4CH_2CH_2$ を表し、kは1～4の整数を表し、Rはメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基等のアルキル基を表し、  
 10 Lはハロゲン原子；ヒドロキシル基；メトキシル基、エトキシル基、プロポキシ  
 ル基、ブトキシ基等のアルコキシ基；ホルミル基、アセトキシ基、プロピ  
 オニルオキシ基、ブチリルオキシ基等のアシルオキシ基を表し、aは1～  
 20の整数を表し、bは1～3の整数を表す。

本発明の分散安定化磁気粘性流体は、その上記粘性時性に重大な影響を与えな  
 15 い限りにおいて、更に、酸化防止剤、老化防止剤、その他の安定剤、防腐剤、粘  
 度調節剤、難燃剤、界面活性剤等の添加剤を併用してもよい。

発明を実施するための最良の形態

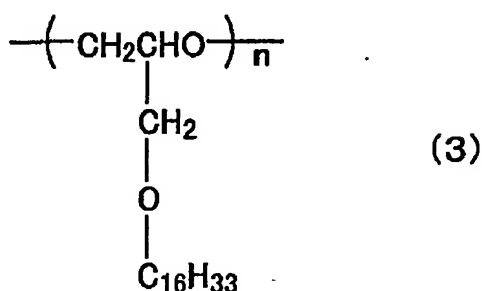
以下に実施例を掲げて本発明を更に詳しく説明するが、本発明はこれら実施例  
 20 のみに限定されるものではない。

#### (実施例1～2)

表1に示した配合量で、予め70℃に加熱した分散媒（ジシクロヘキサン  
 又はポリブテン）に、下記式（3）で表されるポリエーテル（A）（Mn；36  
 25 万）を加え1時間攪拌して溶解した後に、更に、磁性粒子を混合した。次いで、  
 内径90mm容量900mLのポットに、得られた混合物のうちの200mLを  
 分注し、更に、1/2インチスチールボール2000gを入れボールミル回転台  
 で100rpmで24時間回転させ、磁気粘性流体を作製した。Mnは、GPC  
 分析（測定温度130℃、溶媒o-ジクロロベンゼン）により行った数平均分子

量（ポリスチレン換算）である。測定は、ウォーターズ社製GPC150C型を使用し、カラムは、昭和電工社製Shodex HT-806、Shodex HT-803（×2本）を使用した。

5



10

#### （比較例1）

表1に示した配合量で、予め70℃に加熱したポリブテンに、ステアリン酸を加え1時間攪拌して溶解した後に、更に、磁性粒子を混合した。次いで、内径90mm容量900mLのポットに、得られた混合物のうちの200mLを分注し、  
15 更に、1/2インチスチールボール2000gを入れボールミル回転台で100rpmで24時間回転させ、磁気粘性流体を作製した。

#### （比較例2）

表1に示した配合量で、ステアリン酸をトルエンに溶解させた所定量の溶液に  
20 磁性粒子を浸した後、トルエンを揮発させ、次いで、ポリジメチルシロキサンと予備混合した。次いで、内径90mm容量900mLのポットに、得られた混合物のうち200mLを分注し、更に、1/2インチスチールボール2000gを入れボールミル回転台で100rpmで24時間回転させ、磁気粘性流体を作製した。

25

得られた磁気粘性流体について、以下の項目についての評価を行った。結果を表1に示した。

#### （1）初期磁気粘性特性

作製直後の磁気粘性流体を、図 1 に示したシリンダー装置に充填し、0 及び 900 ガウスの磁場、周波数 1 Hz、振幅 10 mm で振幅-荷重を測定した。図 2 に測定例を示した。

まず、磁場 0 時の荷重を読み取り、次いで、磁場 0 時の振幅-荷重ループの面積に対する磁場 900 ガウス時の振幅-荷重ループの面積の比より、磁場 0 時に対する磁場 900 ガウス時の損失エネルギーの増加率を算出した。なお、比較例 2 を除きいずれの磁気粘性流体も 3 サイクル目には損失エネルギーが一定値になったので、損失エネルギーの測定には 3 サイクル目の振幅-荷重ループを用いた。比較例 2 の磁気粘性流体は、流動性に乏しく、磁場 0 時の荷重が測定限界以上であつたので、磁気粘性特性を測定することができなかった。

#### (2) 磁気粘性特性の回復性

初期磁気粘性特性測定後の磁気粘性流体をシリンダー装置に充填したまま、25℃で3か月間静置した。その後室温下で24時間放置した後、磁場 0 時の振幅-荷重を測定し、上記 (1) 初期磁気粘性特性で測定した作製直後の損失エネルギー値に至るまでのサイクル数を測定した。その後、直ちに 900 ガウスの磁場を印加し、3 サイクル目の損失エネルギーを測定し、損失エネルギー増加率を算出した。

#### 20 (3) 分散安定性 (25℃)

メスシリンダーに作製直後の磁気粘性流体を 25 mL 入れ、25℃で3か月間静置し、3 か月経過後の上澄み層の容量を測定した。

#### (4) 分散安定性 (50℃)

25 メスシリンダーに作製直後の磁気粘性流体を 25 mL 入れ、50℃で3か月間静置し、3 か月経過後の上澄み層の容量を測定した。

表 1

5

			実施例		比較例	
			1	2	1	2
組成	磁性粒子		75	75	75	75
	ポリエーテル(A)		5	5	—	—
	ステアリン酸		—	—	5	5
	ジオクチルフタレート		25	—	—	—
	ポリブテン		—	25	25	—
	ポリジメチルシロキサン		—	—	—	25
評価	初期磁気粘性特性		225	220	215	測定不可
	回復性	サイクル数	5	3	63	測定不可
		損失エネルギー増加率	205	210	190	測定不可
	分散安定性	25℃	6.9	4.3	13.2	5.8
		50℃	—	4.7	—	9.6

10

表 1 に記載の化合物は、それぞれ以下のとおりである。

磁性粒子；BASF 社製、カルボニル鉄粉 CM

ステアリン酸；和光純薬社製、試薬特級

ジオクチルフタレート；三建化工社製、粘度 80 cP (20℃)

15 ポリブテン；日本油脂社製、ポリビス ON、粘度 85 cP (20℃)

ポリジメチルシロキサン；日本ユニカー社製、L-45 (10000)、粘度 10000 cP (25℃)

#### 産業上の利用可能性

20 本発明は、上述の構成よりなるので、分散安定性及び磁気粘性特性の回復性に優れ、また、温度等の環境変化に対しても安定な磁気粘性特性を保持することができ、長期にわたり優れた磁気粘性特性を発現することができる分散安定化磁気粘性流体を提供することができる。

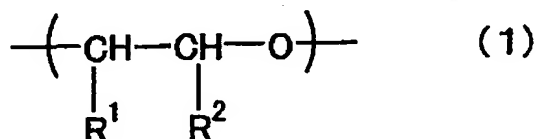
## 請求の範囲

1. 磁性粒子、分散媒、及び、分散剤を含有する分散安定化磁気粘性流体であって、

5 前記分散剤は、下記一般式(1)で表される重合単位を有するポリエーテルである

ことを特徴とする分散安定化磁気粘性流体。

10



15

式中、 $\text{R}^1$  は水素原子又は炭素数1～22の炭化水素基を表し、 $\text{R}^2$  は水素原子、置換基を有していてもよい炭素数1～22の炭化水素基、又は、 $-(\text{AO})$   
 $m-\text{R}^3$  ( $\text{R}^3$  は置換基を有していてもよい炭素数1～22の炭化水素基を表し、  
 $\text{A}$ は炭素数1～3のアルキレン基を表し、 $m$ は1～50の整数を表し、 $m$ 個の $\text{A}$   
 は同一であっても異なってもよい)を表す。

20

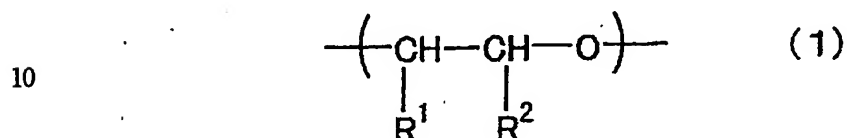
2. 分散媒は、炭化水素系油であることを特徴とする請求の範囲第1項記載の  
 分散安定化磁気粘性流体。

## 補正書の請求の範囲

[2001年12月25日 (25. 12. 01) 国際事務局受理：出願当初の請求の範囲1は補正された；出願当初の請求の範囲2は取り下げられた；新しい請求の範囲3,4が加えられた。(2頁)]

1. (補正後) 磁性粒子、分散媒、及び、分散剤を含有する分散安定化磁気粘性流体であって、

- 5 前記分散剤は、下記一般式(1)で表される重合単位を有し、かつ、分子量が10,000～100,000であるポリエーテルであることを特徴とする分散安定化磁気粘性流体。



- 式中、 $\text{R}^1$  は水素原子又は炭素数1～22の炭化水素基を表し、 $\text{R}^2$  は水素原子、置換基を有していてもよい炭素数1～22の炭化水素基、又は、 $-(\text{AO})$   
 15  $m - \text{R}^3$  ( $\text{R}^3$  は置換基を有していてもよい炭素数1～22の炭化水素基を表し、 $\text{A}$ は炭素数1～3のアルキレン基を表し、 $m$ は1～50の整数を表し、 $m$ 個の $\text{A}$ は同一であっても異なってもよい)を表す。

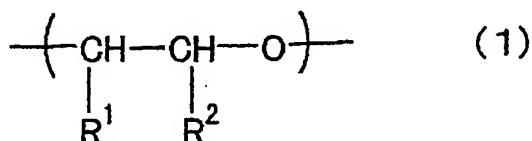
2. (削除)

20

3. (追加) 磁性粒子、分散媒、及び、分散剤を含有する分散安定化磁気粘性流体であって、

前記分散剤は、下記一般式(1)で表される重合単位を有するポリエーテルである

- 25 ことを特徴とする分散安定化磁気粘性流体。



式中、 $R^1$  は水素原子又は炭素数 1 ～ 22 の炭化水素基を表し、 $R^2$  は—(A  
O)  $m$ — $R^3$  ( $R^3$  は置換基を有していてもよい炭素数 1 ～ 22 の炭化水素基を  
表し、A は炭素数 1 ～ 3 のアルキレン基を表し、 $m$  は 1 ～ 50 の整数を表し、 $m$   
5 個の A は同一であっても異なってもよい) を表す。

4. (追加) 分散媒は、炭化水素系油であることを特徴とする請求の範囲第 1  
又は 3 項記載の分散安定化磁気粘性流体。



## 条約第19条(1)に基づく説明書

補正された請求の範囲第1項は、用いる分散剤が、一般式(1)で表される重合単位を有し、かつ、分子量が10,000~100,000,000であるポリオールに限定されたものである。ポリオールの分子量は明細書第6頁第24行に記載されており、本補正はこの記載に基づいて行われたものであり、出願時における国際出願の開示の範囲内のものである。

国際調査報告においては、カテゴリーXに分類される先行技術文献として、JP2-1424A、US4956113A及びJP6-135889Aの3報の文献が引用されたが、いずれの引用文献にもこのような分子量を有するポリオールは記載されていない。

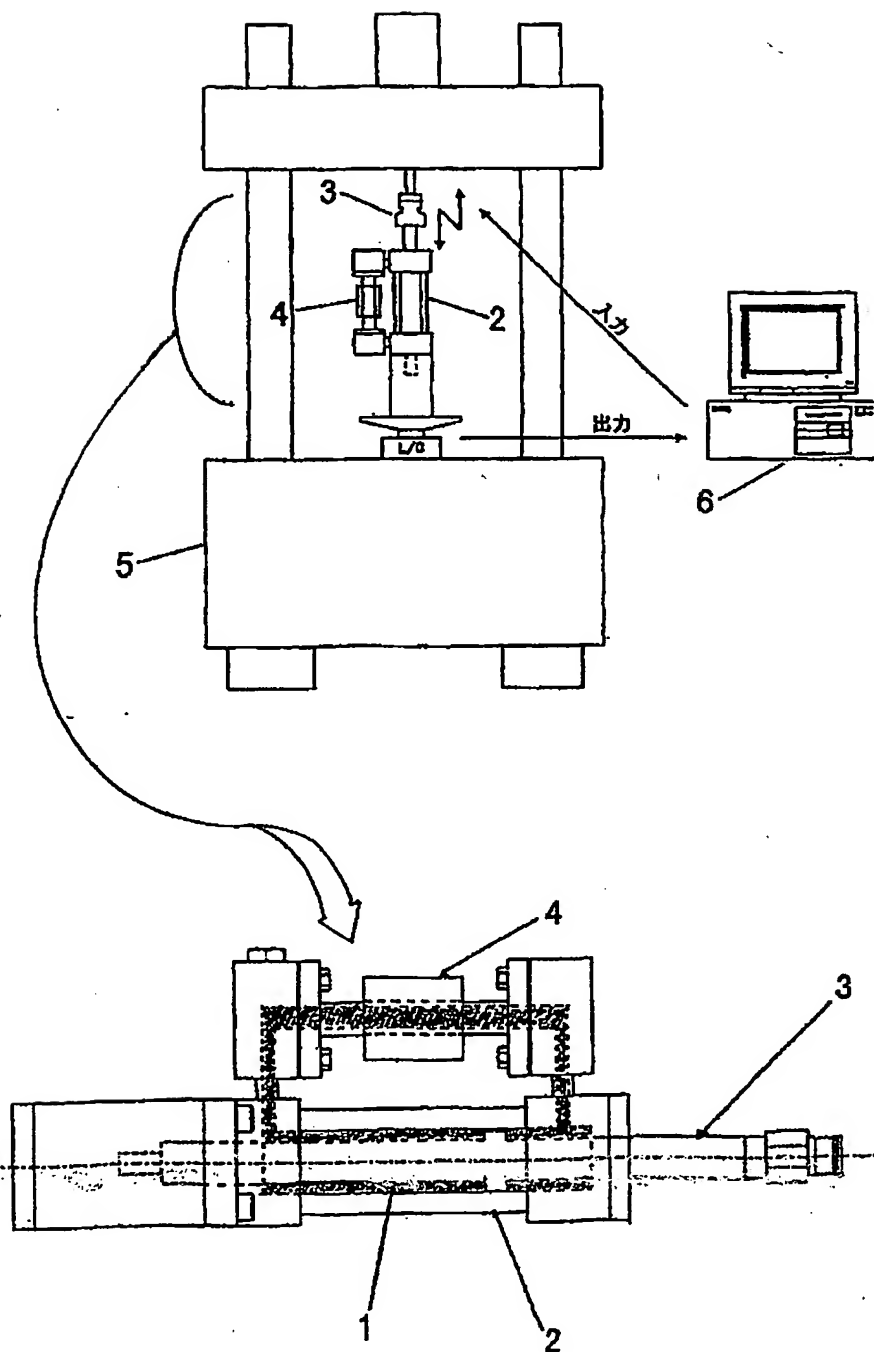
追加された請求の範囲第3項は、補正前の請求の範囲第1項において、ポリオールの置換基のうち $R^2$ が $-(AO)_m-R^3$ であるものに限定されたものである。いずれの引用文献にもこのような置換基を有するポリオールは記載されていない。

追加された請求の範囲第4項は、補正前の請求の範囲第1項が補正後の請求の範囲第1項及び第3項に減縮されたのにもない、補正前の請求の範囲第2項が実質的に減縮されたものである。

従って、補正後の本願発明は上記の引用文献の存在を理由として新規性及び進歩性を否定されないものである。

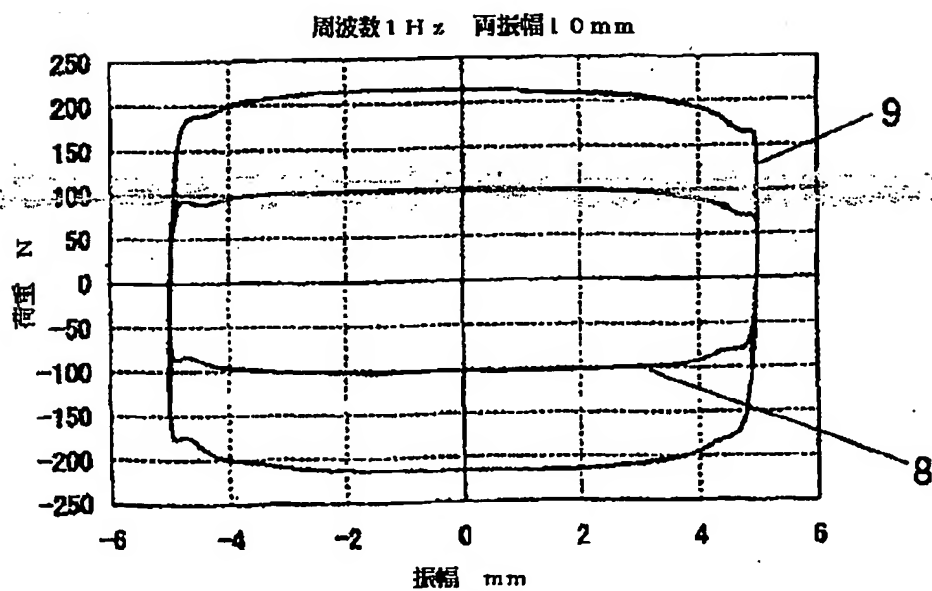
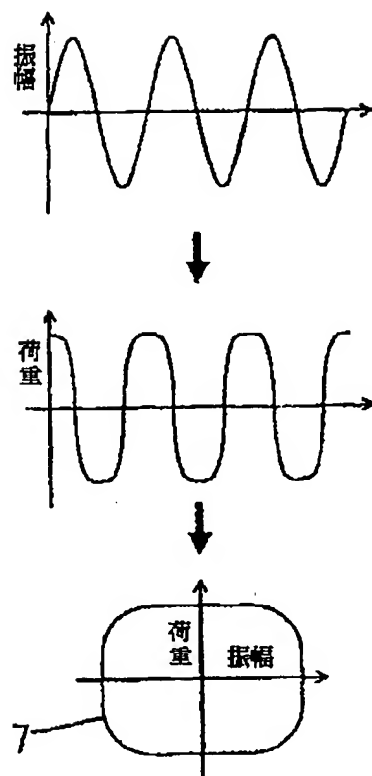
1/2

図 1



2/2

图 2



## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/06574

## A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl<sup>7</sup> C08L71/02, H01F1/28

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

## B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl<sup>7</sup> C08L71/00-71/14, C08G65/00-65/48, H01F1/28

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho 1926-1996 Jitsuyo Shinan Toroku Koho 1996-2001  
 Kokai Jitsuyo Shinan Koho 1971-2001 Toroku Jitsuyo Shinan Koho 1994-2001

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

WPI/L

## C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	JP 2-1424 A (SKF Nova AB), 05 January, 1990 (05.01.90), Claims; page 7, lower right column, line 17 to page 8, upper left column, line 17 & EP 328498 A & SE 8800395 A	1, 2
X	US 4956113 A (NOK Corporation), 11 September, 1990 (11.09.90), Claims & DE 3904757 A & JP 1-207131 A	1, 2
X	JP 6-135889 A (Tokuyama Soda Co., Ltd.), 17 May, 1994 (17.05.94), Claims; Par. No. [0052] (Family: none)	1
A	JP 11-273930 A (NOK Corporation), 08 October, 1999 (08.10.99), Claims (Family: none)	1, 2

☒ Further documents are listed in the continuation of Box C.
 ☐ See patent family annex.

\* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier document but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&amp;" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search  
22 October, 2001 (22.10.01)Date of mailing of the international search report  
06 November, 2001 (06.11.01)Name and mailing address of the ISA/  
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP01/06574

## C (Continuation). DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	JP 10-171381 A (Pilot Corporation), 26 June, 1998 (26.06.98), Claims & EP 847876 A                      & KR 98063806 A & US 6007734 A                      & TW 409103 A	1, 2

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))		
Int.Cl <sup>7</sup> C08L71/02, H01F1/28		
B. 調査を行った分野		
調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))		
Int.Cl <sup>7</sup> C08L71/00-71/14, C08G65/00-65/48, H01F1/28		
最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの		
日本国実用新案公報 1926-1996年 日本国公開実用新案公報 1971-2001年 日本国実用新案登録公報 1996-2001年 日本国登録実用新案公報 1994-2001年		
国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)		
WPI/L		
C. 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	JP 2-1424 A (エスコーフ ノバ アクティエポラ グ) 5. 1月. 1990 (05. 01. 90) 特許請求の範囲及び第7頁右下欄17行~第8頁左上欄第17行& EP 328498 A&SE 8800395 A	1, 2
X	US 4956113 A (NOK CORP) 11. 9月. 1990 (1 1. 09. 90) 特許請求の範囲&DE 3904757 A&JP 1-2071 31 A	1, 2
<input checked="" type="checkbox"/> C欄の続きにも文献が列挙されている。 <input type="checkbox"/> パテントファミリーに関する別紙を参照。		
* 引用文献のカテゴリー 「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの 「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの 「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す) 「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献 「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願日の後に公表された文献 「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの 「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの 「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの 「&」 同一パテントファミリー文献		
国際調査を完了した日	22. 10. 01	国際調査報告の発送日
国際調査機関の名称及びあて先 日本国特許庁 (ISA/JP) 郵便番号100-8915 東京都千代田区霞が関三丁目4番3号		特許庁審査官 (権限のある職員) 吉澤 英一 電話番号 03-3581-1101 内線 3493

C (続き) . 関連すると認められる文献		
引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
X	JP 6-135889 A (徳山曹達株式会社) 17. 5月. 1994 (17. 05. 94) 特許請求の範囲及び【0052】 (ファミリーなし)	1
A	JP 11-273930 A (エヌオーケー株式会社) 8. 10月. 1999 (08. 10. 99) 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	1, 2
A	JP 10-171381 A (株式会社パイロット) 26. 6月. 1998 (26. 06. 98) 特許請求の範囲&EP 847876 A&KR 9806380 6 A&US 6007734 A&TW 409103 A	1, 2